

19 BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**

® Offenlegungsschrift ® DE 100 41 209 A 1

(f) Int. Cl.⁷: H 01 M 8/02



PATENT- UND MARKENAMT (7) Aktenzeichen: 100 41 209.2 ② Anmeldetag:

Offenlegungstag:

23. 8.2000 2. 8. 2001

③ Unionspriorität:

151099 616835

US 27. 08. 1999 14.07.2000 US

(7) Anmelder:

Fa. Carl Freudenberg, 69469 Weinheim, DE

(12) Erfinder:

Erfinder wird später genannt werden

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (A) Elektrisch leitende Glieder
- Thermoplastische Materialien für elektrisch leitende Glieder und die Verfahren zum Herstellen dieser Materialien werden offenbart. Durch Zugabe elektrisch leitender Füllstoffe zu vollständig ausgehärteten thermoplastischen Vulkanisaten werden äußerst hohe Füllstoffkonzentrationen erreicht, die niedrige spezifische Widerstände zur Folge haben, während gute Materialzähigkeit und ausgezeichnete thermoplastische Verarbeitbarkeit erhalten bleiben.

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft elektrisch leitende Glieder, die aus Zusammensetzungen hochleitfähiger thermoplastischer Elastomere bestehen.

Elektrisch leitende Glieder werden bei zahlreichen Anwendungen verwendet, zum Beispiel in elektrischen Steckvorrichtungen, in Verkleidungen für Drähte oder Kabel und in Fußbodenbelägen, und bei Anwendungen, für die minimale statische Elektrizität gefordert ist, wie beispielsweise bei der Herstellung von Computerchips und magnetischen Bauteilen. Ein anderer neuerer Verwendungsbereich für elektrisch leitende Glieder sind Vorrichtungen, die chemisch zwei oder mehr Substanzen in der Anwesenheit von Membrankatalysatoren verbinden, um chemische Energie in elektrische Energie umzuwandeln, zum Beispiel in Brennstoffzellen.

Eine Brennstoffzelle erzeugt kontinuierlichen elektrischen Strom direkt aus der Oxidation eines Brennstoffs ohne Verbrennung, zum Beispiel aus der chemischen Reaktion von Wasserstoff mit Sauerstoff. Es befinden sich verschiedene Arten von Brennstoffzellen in Entwicklung, wozu Phosphorsäure-, Karbonatschmelze-, Festoxid-, Protonenaustauschmembran- (Proton Exchange Membran = PEM), alkalische und direkte Methanol-Systeme zählen. Von diesen sind es die PEM-Brennstoffzellen, an deren Entwicklung zum potentiell führenden elektrochemischen Kraftwerk für umweltfreundliche mobile Anwendungen von Automobilherstellern aktiv gearbeitet wird. Der Grund hierfür liegt in dem Vermögen der PEM-Brennstoffzelle zu einer relativ hohen Energiedichte und nahezu null Emissionen.

Eine PEM-Brennstoffzelle besteht im allgemeinen aus einer Membran-Elektroden-Anordnung (MEA) und einem Fließfeld, das in bipolaren Platten auf der MEA gegenüberliegenden Seiten ausgebildet ist. Die MEA besteht aus einer protonenleitenden Elektrolytmembran, zum Beispiel aus Nation®, ein Warenzeichen von DuPont in Wilmington, Delaware. Die Elektrolytmembran ist zwischen zwei Elektroden eingeschoben. Zwischen den Elektroden und der Membran befinden sich zwei dünne Katalysator-Schichten. Die PEM-Brennstoffzelle verwandelt die chemische Energie der reagierenden Substanzen in elektrische Energie. Ein typisches Beispiel einer PEM-Brennstoffzelle ist in dem U.S.-Patent 5,260,143 beschrieben, dessen technische Tatbestände durch Literaturhinweis hierin eingefügt werden.

Der elektrische Strom einer PEM-Brennstoffzelle ist, unter anderem, eine Funktion der Größe seiner aktiven bzw. der elektrischen Strom erzeugenden Oberfläche der MEA. Bipolare Platten haben typischerweise Kanäle, die in die flache ebene Oberfläche der Platten gepreßt oder hineingearbeitet oder geprägt werden, so daß gasförmiger Brennstoff, typischerweise Wasserstoff, durch die Kanäle auf der Anodenseite der MEA fließt, und gasförmiges Oxidans, typischerweise Luft (oder Sauerstoff), durch die Kanäle auf der Kathodenseite fließt. Auf der Anodenseite dissoziiert der Wasserstoff in freie Elektronen und Protonen. Die freien Elektronen stellen die Grundlage für den elektrischen Strom bereit, indem sie von der Anodenseite zur Kathodenseite durch die bipolaren Platten oder Strömungsseparatorplatten wandern. Die Protonen fließen durch die MEA und verbinden sich mit Sauerstoff und den freien Elektronen, um Wasser zu bilden. Es ist sehr wichtig, daß die freien Elektronen mit minimalem Widerstand durch die bipolare Platte fließen können, um den elektrischen Wirkungsgrad der Brennstoffzelle zu maximieren. Derzeit bekannte bipolare Platten können aufgrund der Notwendigkeit extrem hoher Feststoff-Beladungen in den Materialien zum Erzeugen von minimalem elektrischen Widerstand nicht ohne Probleme aus Verbundstoffen gepreßt werden.

Eine andere Einschränkung bekannter Brennstoffzellen ist die Notwendigkeit eines Einarbeitens oder Einprägens von Kanälen in die aus chemisch inerten Materialien bestehenden Fließfeldplatten. Somit besteht ein Bedarf an bipolaren Platten, die kostengünstig zu bereiten und einfach zu fertigen sind, Korrosion widerstehen und elektrisch hochleitfähig sind

Elektrisch leitende Materialien werden bei weiteren Anwendungen verwendet, zum Beispiel bei elektrischen Steckverbindungen, Drähten/Kabel und bei Fußbodenbelägen. Für diese Anwendungen wird ebenfalls gefordert, daß die Materialien kostengünstig zu bereiten, einfach herzustellen oder zu pressen sind, Korrosion widerstehen und elektrisch hochleitfähig sind. Dieser Bedarf wird durch den Stand der Technik ebenfalls nicht erfüllt.

Um die oben beschriebenen Probleme zu lösen, wird ein thermoplastisches elastomeres Material verwendet, das hochleitfähig und leicht verarbeitbar ist, Korrosion widersteht und kostengünstig zu bereiten ist, um elektrisch leitende Glieder herzustellen. Genauer gesagt wird das Problem durch die Verwendung eines elektrisch leitenden thermoplastischen Vulkanisats (TPV) gelöst. Der Fachmann weiß, daß thermoplastische Harze, das heißt, Materialien, die entweder kristallin oder teilkristallin sind bzw. relativ hohe Glasübergangstemperaturen aufweisen, durch Zumischen elektrisch leitender Füllstoffe, wie zum Beispiel Graphitpulver, Rußpulver, metallische Pulver, Kohlefasern oder metallische Faserstoffe, in das thermoplastische Harz elektrisch leitend gemacht werden können (siehe zum Beispiel das englische Patent Nr. 1,495,275; U.S.-Patent 4,179,341; U.S.-Patent 4,510,078; U.S.-Patent 5,207,949; U.S.-Patent 5,322,874; U.S.-Patent 5,707,699).

Es besteht jedoch eine Grenze für die Füllstoffmenge, die eingearbeitet werden kann, bis sowohl die mechanischen als auch die Verarbeitungseigenschaften des Materials nachteilig beeinflußt werden. In dem U.S.-Patent 4,569,786 wird speziell dieses Problem diskutiert, indem offenbart wird, daß nicht mehr als 20 Gewichtsprozent einer Kombination aus Metallfaserstoffen und Kohlefasern in ein thermoplastisches Material gemischt werden können, bevor es nicht mehr problemlos schmelzeverarbeitbar wird. Diese Menge in Gewichtsprozent ist viel mehr als wenn diese Fasern durch leitfähige pulverförmige Füllstoffe desselben Typs ersetzt würden. Zusammensetzungen mit einer so hohen Metallfaserbeladung sind zur Verwendung in elektrochemischen Brennstoffzellen und anderen elektrisch leitenden Gliedern aufgrund von Korrosionsproblemen nicht geeignet. U.S.-Patent 4,937,015 versucht, sich des Problems ungenügender Verarbeitungs- und Materialeigenschaften von elektrisch leitenden Thermoplasten anzunehmen, die mit hohen Mengen von Füllstoff beladen sind. Bei der Verwendung von Druck zum Formen von Platten lehrt der Stand der Technik eine Verwendung von thermoplastischen Partikeln und bis zu 20 Gewichtsprozent fester elektrisch leitender Stoffe zum Formen des Materials. Auf diese Weise hergestellte Materialien leiden jedoch unter spezifischen Durchgangswiderständen, die nicht unter 10³ Ohm/cm liegen.

Um die mechanischen Eigenschaften von stark gefüllten, elektrisch leitenden Thermoplasten zu verbessern, werden elektrisch leitende Füllstoffe in Vermischungen aus kristallinen und amorphen elastomeren Materialien eingearbeitet,

das heißt, nichtkristalline Materialien mit einem niedrigen Glasumwandlungspunkt. In U.S.-Patent 4,265,789 und in U.S.-Patent 4,321,162 sind flexible und schmelzeverarbeitbare, elektrisch leitende Materialien auf der Grundlage von Vermischungen aus einem elastomeren Material mit niedrigem Tg-Wert und einem kristallinen Material mit hohem Tg-Wert beschrieben. Die Zielanwendungen sind elektrische Steckverbindungen, Kabel und andere elektrisch leitende Preßteile. In beiden Fällen ist keine Polymerphase chemisch vernetzt. U.S.-Patent 5,484,838 beschreibt auch die Zugabe von Ruß zu Vermischungen aus kristallinen und amorphen Materialien, wobei diese Anwendung jedoch auf Verbindungen zielt, die sich für elektrostatische Anstriche eignen. Der spezifische Durchgangswiderstand dieser Materialien wird als mindestens 10^5 Ohm/cm beschrieben, und keine polymere Phase ist chemisch vernetzt.

Ein Steuern der Verarbeitungsbedingungen ist ein weiterer Ansatz zum Kontrollieren der spezifischen elektrischen Widerstände von Ruß-Polymer-Vermischungen. U.S.-Patent 3,823,217 beschreibt das Verringern der spezifischen Widerstände von Vermischungen aus Ruß und kristallinem Polymer bei Raumtemperatur durch thermische Wechselbeanspruchung der Vermischung. U.S.-Patent 4,534,889 beschreibt ein Verfahren zur Abstimmung von Zusammensetzungen aus elektrisch leitenden Füllstoffen und Polymervermischungen zur Herstellung von Materialien, die kontrollierte elektrische Eigenschaften haben, insbesondere bei Temperatur, und die aus diesen Zusammensetzungen hergestellten Vorrichtungen. Eine Schlüsselkomponente dieser Offenbarung ist das Beladen der elastomeren Phase mit Füllstoff und ein darauffolgendes Kontrollieren der elektrischen Eigenschaften durch Verarbeitungsbedingungen und Härtezyklen. In dem U.S.-Patent 5,844,037 werden die elektrischen Eigenschaften einer Zusammensetzung aus einer Polymervermischung und Ruß durch Kontrollieren der Phasenmorphologie und der Art und Weise, wie der Ruß zwischen den Phasen dispergiert wird, gesteuert. In all diesen Offenbarungen zum Stand der Technik wird der leitfähige Füllstoff in jedem Bestandteil der Polymervermischung dispergiert.

Keines dieser Patente zum Stand der Technik hat das Problem einer Bereitstellung eines einfach verarbeitbaren und hochleitfähigen Materials für bipolare Platten oder andere elektrisch leitende Glieder gelöst, so daß nach wie vor Bedarf an einem kostengünstigen, hochleitfähigen thermoplastischen Material zur Verwendung bei bipolaren Brennstoffplatten und bei anderen elektrisch leitenden, gepreßten Produkten besteht.

Die vorliegende Erfindung will das obige Problem lösen, indem thermoplastische Zusammensetzungen verwendet werden, die durch Einarbeitung leitfähiger Füllstoffe in vollständig ausgehärtete thermoplastische Vulkanisate (TPV) für bipolare Brennstoffzellenplatten und andere elektrisch leitende gepreßte Produkte geformt werden. Es werden TPV verwendet, um den Füllstoff von der diskreten, chemisch vernetzten elastomeren Phase des TPV auszuschließen. Dabei verweilt der elektrisch leitende Füllstoff hauptsächlich in der kontinuierlichen thermoplastischen Phase des Materials, wodurch die zum Bilden elektrisch leitender Pfade in dem Material erforderliche Füllstoffmenge reduziert wird.

Bei dieser Erfindung verwendetes thermoplastisches Vulkanisat kann mit oder ohne elektrisch leitende Füllstoffe an sich hergestellt werden, wobei ein Bestandteil des Ausführungsbeispiels der vorliegenden Erfindung jedoch die Zugabe von leitfähigen Füllstoffen nach der Synthese des TPV umfaßt, um die elektrisch leitenden Füllstoffe in die kontinuierliche thermoplastische Matrixphase des TPV aufzunehmen und mit diesen zu besetzen. Dadurch, daß elektrisch leitende Füllstoffe nach der Bildung des TPV zugegeben werden, wird eine kleinere Füllstoffmenge benötigt, um das Material elektrisch leitend zu machen, als die, die erforderlich wäre, wenn die elektrisch leitenden Füllstoffe vor der Bildung des TPV zugegeben werden würden. Die elektrisch leitenden Füllstoffe werden in Mengen zugegeben, die ausreichen, um den spezifischen Durchgangswiderstand des Materials auf unter 10⁸ Ohm/cm, besser noch auf unter 10³ Ohm/cm und vorzugsweise auf unter 10¹ Ohm/cm zu verringern.

Indem elektrisch leitende Füllstoffe nach der Bildung des TPV zugegeben werden, wird vermutet, daß die Füllstoffe aufgrund der Anwesenheit eines Netzes aus chemischen Vernetzungen von einem Eintreten in die diskrete elastomere Phase des TPV ausgeschlossen werden. Daher wird eine kleinere Menge an Füllstoffen benötigt, um die erforderlichen leitfähigen Pfade zu bilden und den spezifischen Widerstand des Materials zu verringern.

Die vorliegende Erfindung stellt ein elektrisch leitendes Glied bereit, das folgendes umfaßt: ein aus einem thermoplastischen Elastomer geformtes Glied, wobei das thermoplastische Elastomer ein thermoplastisches Vulkanisat und elektrisch leitende feste Füllstoffe enthält, und diese Füllstoffe in einem Bereich von 5 bis 75 Gewichtsprozent vorliegen, wodurch der spezifische Durchgangswiderstand des thermoplastischen Elastomers weniger als 10⁸ Ohm/cm beträgt.

45

65

Es ist ein Ziel der vorliegenden Erfindung, ein thermoplastisches Elastomer für elektrisch leitende Glieder mit einem spezifischen Durchgangswiderstand des Materials unter 10⁸ Ohm/cm bereitzustellen.

Es ist ein weiteres Ziel der vorliegenden Erfindung, ein elektrisch leitendes Glied bereitzustellen, das ein thermoplastisches Vulkanisat und elektrisch leitende Füllstoffe in dem Bereich von 5 bis 75 Gewichtsprozent enthält und leicht zu verarbeiten ist.

Es ist auch ein weiteres Ziel der Erfindung, elektrisch leitende gepreßte Glieder bereitzustellen, die ein thermoplastisches Vulkanisat verwenden und wo elektrisch leitende Füllstoffe der thermoplastischen Phase des Materials hinzugegeben werden, um die zum Formen der erforderlichen leitenden Pfade und zum Verringern des spezifischen Widerstands des Materials benötigte Füllstoffmenge zu verringern. Ein anderes Ziel der Erfindung ist auch die Bereitstellung eines thermoplastischen Elastomers, das einen dynamisch vulkanisierten Thermoplast enthält und wo der thermoplastischen Phase des Materials elektrisch benötigte leitfähige Füllstoffe zugegeben werden, um die Füllstoffmenge zum Formen der erforderlichen leitenden Pfade zu verringern und den spezifischen Widerstand des Materials zu reduzieren. Diese und andere Merkmale der vorliegenden Erfindung werden aus den folgenden Beschreibungen und Zeichnungen ersichtlich.

- Fig. 1 zeigt eine perspektivische Ansicht einer bipolaren Platte gemäß der vorliegenden Erfindung;
- Fig. 2 zeigt eine Querschnittsansicht einer Brennstoffzelle;
- Fig. 3 zeigt eine perspektivische Ansicht eines Fußbodenbelagselements gemäß der vorliegenden Erfindung;
- Fig. 4 zeigt eine Querschnittsansicht einer elektrischen Verbindung gemäß der vorliegenden Verbindung, und
- Fig. 5 zeigt eine Querschnittsansicht eines elektrischen Kabels gemäß der vorliegenden Erfindung.

Der Klarheit halber wird ein thermoplastisches Vulkanisat als ein mehrphasiges Material definiert, das aus einem kontinuierlichen oder kokontinuierlichen kristallinen, teilkristallinen oder amorphen Polymer besteht, und eine hohe Glasübergangstemperatur, thermoplastische Phase und eine diskrete Teilchenphase aufweist. Die diskrete Phase ist ein voll-

ständig vulkanisiertes amorphes Elastomer, das typischerweise eine niedrige Glasübergangstemperatur hat.

Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung sind geeigneterweise elektrisch leitfähig und können zu gepreßten oder extrudierten Artikeln verarbeitet werden. Die bevorzugte Ausführung der vorliegenden Erfindung bedient sich des hochleitfähigen Materials für elektrisch leitende Glieder. Zu elektrisch leitenden Gliedern zählen flache ebene Glieder, zum Beispiel bipolare Platten für elektrochemische Brennstoffzellen und Fußbodenbeläge, und ringförmige Glieder, zum Beispiel elektrische Steckverbindungen, Drähte und Kabel, die alle während der Herstellung und/oder Verwendung Bedingungen mit niedriger elektrischer Statik erfordern. Ein Nutzen, der sich aus den geringeren Füllstoffmengen ergibt, die benötigt werden, um die angestrebten elektrischen Leitfähigkeiten zu erreichen, beinhaltet überlegene thermoplastische Verarbeitung. Ferner behalten die Materialien der vorliegenden Erfindung ihre Verarbeitbarkeit selbst dann, wenn sie mit elektrisch leitenden Füllstoffen in den Mengen beladen werden, die zum Erreichen extrem niedriger spezifischer Durchgangswiderstände erforderlich sind (d. h. spezifische Durchgangswiderstände unter 1 Ohm/cm).

Beispiele für thermoplastische Vulkanisate bzw. TPV zur Verwendung bei der vorliegenden Erfindung umfassen, ohne jedoch auf diese beschränkt zu sein, diejenigen, die in U.S.-Patent 4,130,535 und U.S.-Patent 4,311,628 beschrieben sind, und die technischen Tatbestände beider Patente werden durch Literaturhinweis hierin eingefügt. Diese sind Vermischungen aus Ofefinkautschuk und thermoplastischem Olefinharz, wobei der Kautschuk während des Prozesses der dynamischen Vulkanisation vollständig ausgehärtet wird. Das Produkt aus diesem Verfahren ist ein TPV, welches ein Zweiphasenmaterial ist, in dem der vulkanisierte Kautschuk eine diskrete Teilchenphase umfaßt, während der Thermoplast die kontinuierliche Phase umfaßt und die thermoplastische Verarbeitung des Materials ermöglicht. Kommerzielle Beispiele dieser Arten von Materialien sind der thermoplastische Kautschuk Santoprene®, ein Warenzeichen der Advanced Elastomer Systems of Akron, Ohio, und der thermoplastische Kautschuk Sarlink®, ein Warenzeichen der DSM Thermoplastic Elastomers of Leominister, Massachusetts. TPV auf der Basis anderer geeigneter thermoplastischer Harze und Elastomersysteme werden bei der Herstellung der vorliegenden Erfindung ebenso gut funktionieren. Hierzu zählen, ohne auf diese beschrieben bei der Herstellung der vorliegenden Erfindung ebenso gut funktionieren. Hierzu zählen, ohne auf diese beschrieben 5,003,003 und in dem EP 0 915 121 A1 beschriebene Polyamid-EPDM-System, die in dem U.S.-Patent 5,500,537 beschriebene Polyester-Acrylat-Kautschuk-Systeme sowie das in dem U.S.-Patent 5,591,798 beschriebene Polyamid-Acrylat-Kautschuk-System, deren technische Tatbestände durch Literaturhinweis hierin eingefügt werden

Bei der vorliegenden Erfindung beziehen sich elektrisch leitende Füllstoffe auf feste Füllstoffe mit spezifischen Durchgangswiderständen unter 1 Ohm/cm. Hierzu gehören, ohne auf diese beschränkt zu sein, sowohl pulverförmige als auch fasrige Formen von Kohlenstoff, wie beispielsweise Ruß und Graphit, und Fasern auf der Basis von Pech und Polyacrylnitril (PAN). Ebenfalls dazu zählen pulvrige, flockenartige und fasrige Formen von Metallen wie zum Beispiel Aluminium, Kupfer, Gold, Nickel, Silber, Stahl, Wolfram, Zink und andere ähnliche Materialien. Zusätzlich mit eingeschlossen sind Teilchenformen von Metallegierungen wie zum Beispiel Messing, Zinn und Edelstahl, sowie metallbeschichtete Teilchen wie zum Beispiel nickel- und silberbeschichtete Glasfasern und -kugeln. Ebenso gehören dazu Teilchenformen von eigenleitenden Polymeren wie zum Beispiel elektrisch leitende Salze von Polypyrrol, Polyanilin, Polythiophen und andere ähnliche Materialien, ohne jedoch auf diese beschränkt zu sein. Die bevorzugten Füllstoffe für die vorliegende Erfindung sind ruß- und graphitartige Füllstoffe.

Bei der vorliegenden Erfindung haben die elektrisch leitenden Ruße eine Agglomeratgröße, die vor dem Mischverfahren größer ist als nach dem Mischen. Die Ausgangsgröße des Rußagglomerats ist nicht kritisch, jedoch sind im allgemeinen im wesentlichen alle der Teilchen kleiner als 5 Mikrometer, noch besser kleiner als 3 Mikrometer und vorzugsweise kleiner als 1 Mikrometer.

Der in die TPV eingearbeitete elektrisch leitende Ruß hat vorzugsweise ein Porenvolumen von 150 ml/100 g, wie durch Dibutylphthalat-(DBP)-Absorption bestimmt, oder darüber, wie nach ASTM D 2414-97 gemessen. Ruße mit DBP-Werten von 400 ml/100 g bzw. von 0,05 Mikrometern oder darunter werden bevorzugt. Spezielle Beispiele für Ruße, die für diese Erfindung geeignet sind, wenngleich nicht auf diese beschränkt, sind Ketjenblack® EC-300J (DBP-Absorption: 380) von Akzo Nobel Chemicals, Printex® XE-2 von Degussa-Hüls (DBP-Absorption: 175 ml/100 g) und Conductex® 975U von der Columbian Chemicals Company (DBP-Absorption: 165 ml/100 g). Ketjenblack® ist ein eingetragenes Warenzeichen von Akzo Nobel Chemicals, Amersfoort, Niederlande; Printex® ist ein eingetragenes Warenzeichen von Degussa-Hüls, Frankfurt, Deutschland, und Conductex® ist ein eingetragenes Warenzeichen der Colombian Chemicals Company, Marietta, Georgia.

Einzelne Arten von Rußklassen können alleine in einem TPV verwendet werden, oder es können Vermischungen aus zwei oder mehr Arten eingearbeitet werden. Ungeachtet der Art der verwendeten Ruße liegen diese, wenn sie in der TPV-Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung verwendet werden, in der Menge von 5 bis insgesamt 75 Gewichtsprozent vor, vorzugsweise jedoch zwischen 20 und 60 Gewichtsprozent. Die Menge wird abhängig von der Art der Ruße, der zum Einarbeiten der Ruße verwendeten Verarbeitungsbedingungen und dem gewünschten Grad elektrischer Leitfähigkeit unterschiedlich sein.

Der Graphitfüllstoff kann ein synthetischer oder natürlicher sein. Aufgrund ihrer lamellenartigen kristallinen Struktur weisen synthetische Graphite eine höhere Leitfähigkeit auf als natürliche Graphite und werden bevorzugt. Graphitpartikel werden in gleicher Weise wie Rußpartikel vor dem Mischen größer sein und während des Mischens eine Größenreduzierung erfahren. Die Größe der Ausgangsgraphitpartikel ist nicht kritisch, wobei jedoch im allgemeinen alle Partikel im wesentlichen kleiner als 50 Mikrometer, besser noch kleiner als 5 Mikrometer und vorzugsweise kleiner als 1 Mikrometer sind. Die guten Schmiereigenschaften des Graphits begünstigen die Gründlichkeit und Homogenität des Einmischens der Partikel in das TPV ohne wesentlichen Leitfähigkeitsverlust. Zu den bevorzugten Graphiten zählen Graphit 3120 (mittlere Partikelgröße: 3 bis 5 Mikrometer), Graphit A99 (mittlere Partikelgröße: 25 Mikrometer) und Micro 450 (mittlere Partikelgröße: 3 bis 5 Mikrometer), alle von Asbury Carbons, Asbury, New Jersey.

Einzelne Arten von Graphiten können alleine in einem TPV verwendet werden, oder es können Vermischungen aus zwei oder mehr Arten von Graphitfüllstoffen eingearbeitet werden. Ungeachtet der Art der verwendeten Graphite liegen diese, wenn sie in der TPV-Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung verwendet werden, wie Ruß in der Menge von

5 bis insgesamt 75 Gewichtsprozent vor, vorzugsweise jedoch zwischen 20 und 60 Gewichtsprozent. Die Menge wird abhängig von der Art des Graphitfüllstoffs, der zum Einarbeiten des Graphitfüllstoffs verwendeten Verarbeitungsbedingungen und dem gewünschten Grad elektrischer Leitfähigkeit unterschiedlich sein.

Zusätzlich können andere Füllstoffarten in Kombination bei der Herstellung der vorliegenden Erfindung verwendet werden. Zu diesen Füllstoffmischungen zählen Graphit- und Kohlepulver, oder Graphit, Kohlepulver und Kohlefasern oder Graphit- und Kohlefasern oder Graphit, Kohlepulver, Silberpuder und andere ähnliche Materialien, ohne jedoch auf diese beschränkt zu sein. Alle Kombinationen elektrisch leitender Füllstoffe fallen in den Umfang der vorliegenden Erfindung.

Spezielle Beispiele

10

Die folgenden speziellen Beispiele werden zur Verdeutlichung der Merkmale und Vorteile der vorliegenden Erfindung vorgelegt. Es ist davon auszugehen, daß diese Beispiele nur der Veranschaulichung der vorliegenden Erfindung dienen und in keinerlei Weise zur Einschränkung des Umfangs der vorliegenden Erfindung gedacht sind.

Die physikalischen Eigenschaften Härte, Zugfestigkeit (UTS = Ultimate Tensile Strength) und Reißdehnung wurden jeweils nach den folgenden ASTM-Normen geprüft: ASTM D 2240-97, ASTM D 412-98a und ASTM D 412-98a.

Beispiel 1

Zwei unterschiedliche Arten von Graphit wurden separat mit unterschiedlichen Konzentrationen in ein TPV auf Olefinbasis eingemischt, um nachzuweisen, daß hohe spezifische elektrische Leitfähigkeiten unter Beibehaltung der Verarbeitbarkeit erreichbar sind. Das TPV ist ein TPV der Klasse 91 Shore A auf Olefinbasis mit dem Handelsnamen Santoprene® 101-87 von Advanced Elastomers Systems, Akron, Ohio. Die verwendeten Graphite stammten von Asbury Carbons, Asbury, New Jersey, und enthalten Graphit 3210, bei dem es sich um natürlichen Graphit mit einer Partikelgröße von 3 bis 8 Mikrometer handelt, und Graphit A99, der ein synthetischer Graphit mit einer Partikelgröße von 25 Mikrometern ist. Die Materialien wurden 7,5 Minuten bei 190°C in einem 1,6 Liter-Banbury-Mischer gemischt, abgeworfen und gemahlen, und dann weitere 6 Minuten erneut in dem Banbury-Mischer gemischt. Alle Proben waren formgepreßt. Die Probenzusammensetzungen und die Testergebnisse sind in Tabelle 1 gezeigt. Die Probenzusammensetzungen sind in Gewichtsprozent angegeben. Dementsprechend besteht Probe B aus 96 Gewichtsprozent TPV und 4 Gewichtsprozent Graphit 3120.

Die Messungen des spezifischen Durchgangswiderstands an den Proben A bis F wurden anhand von ASTM D 257-93 durchgeführt, und an den Proben G bis J anhand von ASTM D 4496-87 (Neuzulassung 1993)

TABELLE 1

Probe

A B (...)

Santoprene® 101-87 Graphit 3120 Graphit A99 Spezifischer Durchgangswiderstand (Ohm/cm) Härte (Shore A) Zugfestigkeit (mPa) Reißdehnung (%)

40

45

30

35

Beispiel 2

Dieses Beispiel veranschaulicht, daß äußerst leitfähige und dennoch verarbeitbare Materialien durch Vermischen leitfähiger Füllstoffe mit einem TPV bereitet werden können. Bei diesem Beispiel wird ein Santoprene®-TPV von Advanced Elastomer Systems, Akron, Ohio, mit zwei unterschiedlichen Graphit-Qualitäten von Asbury Carbons, Asbury, New Jersey, und einer elektrisch leitfähigen Ruß-Qualität von Cabot Corporation, Boston, Massachusetts, gemischt. Diese Materialien wurden 30 Minuten in einem Moriyama-Mischer bei 200°C gemischt, was einer Temperatur über der Schmelztemperatur des Santoprene-TPV entspricht.

Ungefähr 2 mm dicke Testtafeln des vermischten Materials wurden durch 4-minütige Formpressung bei 200°C und 8minütige Abkühlung hergestellt. Die an den Testtafeln vorgenommenen Messungen des spezifischen Durchgangswiderstands wurden mit einem Vierpunkt-Inline-Widerstandsfühler von der Lucas-Signatone Corporation durchgeführt. Die allgemeine Theorie und der Betrieb eines Vierpunkt-Inline-Widerstandsfühlers kann nachgesehen werden in: L.B. Valdes, "Resistivity Measurements on Germanium for Transistors" [Widerstandsmessung an Germanium für Transistoren], Proc. Inst. Radio Eng., 42 S. 420-7 (1954), dessen technische Tatbestände durch Literaturhinweis hierin eingefügt werden.

60

65